

Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/KR2005/003486

International filing date: 19 October 2005 (19.10.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: KR
Number: 10-2004-0083710
Filing date: 19 October 2004 (19.10.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 13 January 2006 (13.01.2006)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse



별첨 사본은 아래 출원의 원본과 동일함을 증명함.

This is to certify that the following application annexed hereto
is a true copy from the records of the Korean Intellectual
Property Office.

출원 번호 : 10-2004-0083710
Application Number

출원 년 월 일 : 2004년 10월 19일
Date of Application OCT 19, 2004

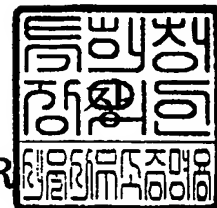
출원인 : 한국과학기술연구원 외 1명
Applicant(s) KOREA INSTITUTE OF SCIENCE AND TECHNOLOGY, et al.



2005 년 10 월 13 일

특 허 청

COMMISSIONER



【서지사항】

【서류명】	명세서 등 보정서
【수신처】	특허청장
【제출일자】	2005.05.09
【제출인】	
【명칭】	한국과학기술연구원
【출원인코드】	3-1998-007751-8
【사건과의 관계】	출원인
【제출인】	
【명칭】	헤리엇-와트 유니버시티
【출원인코드】	5-2004-036974-3
【사건과의 관계】	출원인
【대리인】	
【성명】	박장원
【대리인코드】	9-1998-000202-3
【포괄위임등록번호】	2003-011757-4
【사건의 표시】	
【출원번호】	10-2004-0083710
【출원일자】	2004.10.19
【심사청구일자】	2004.10.19
【발명의 명칭】	기하학적 형태의 다이아몬드 셀 및 그 제조방법
【제출원인】	
【접수번호】	1-1-2004-0475563-20
【접수일자】	2004.10.19
【보정할 서류】	명세서등
【보정할 사항】	
【보정대상항목】	별지와 같음
【보정방법】	별지와 같음

【보정내용】 별지와 같음
【추가청구항수】 1
【취지】 특허법시행규칙 제13조·실용신안법시행규칙 제8조의 규정
에 의하여 위와 같이 제출합니다. 대리인
박장원 (인)
【수수료】
【보정료】 3,000원
【추가심사청구료】 32,000원
【기타 수수료】 0원
【합계】 35,000 원
【첨부서류】 1.보정내용을 증명하는 서류_1통

【보정서】**【보정대상항목】 발명의 명칭****【보정방법】 정정****【보정내용】****【발명의 명칭】**

기하학적 형태의 다이아몬드 셸 및 그 제조방법{DIAMOND SHELL WITH A
GEOMETRICAL FIGURE AND METHOD FOR FABRICATION THEREOF }

【보정대상항목】 청구항 11**【보정방법】 추가****【보정내용】****【청구항 11】**

제5항의 방법에 의하여 제조되며, 일부분이 열려(open) 있고, 내부는 비어
있는 기하학적 형태의 다이아몬드 셸.

【서지사항】

【서류명】	특허출원서
【권리구분】	특허
【수신처】	특허청장
【참조번호】	0001
【제출일자】	2004.10.19
【국제특허분류】	C04C 02/00
【발명의 국문명칭】	기하학적 형태의 다이아몬드 셸 제조방법
【발명의 영문명칭】	METHOD FOR FABRICATION OF DIAMOND SHELL WITH A GEOMETRICAL FIGURE
【출원인】	
【명칭】	한국과학기술연구원
【출원인코드】	3-1998-007751-8
【출원인】	
【명칭】	헤리엇-와트 유니버시티
【출원인코드】	5-2004-036974-3
【대리인】	
【성명】	박장원
【대리인코드】	9-1998-000202-3
【포괄위임등록번호】	2003-011757-4
【발명자】	
【성명의 국문표기】	이재갑
【성명의 영문표기】	LEE, Jae Kap
【주민등록번호】	630104-1775614
【우편번호】	139-932
【주소】	서울 노원구 중계본동 34번지 현대아파트 103동 1704호
【국적】	KR
【발명자】	

【성명의 국문표기】 존 필립
【성명의 영문표기】 JOHN, Phillip
【주소】 영국 이에이치 14 4에이에스 에딘브루 리카르톤 화학과
【주소의 영문표기】 Department of Chemistry, Riccarton, Edinburgh, EH14 4
 AS, GB
【국적】 GB
【심사청구】 청구
【취지】 특허법 제42조의 규정에 의한 출원, 특허법 제60조의 규정
 에 의한 출원심사 를 청구합니다. 대리인
 박장원 (인)
【수수료】
【기본출원료】 0 면 38,000 원
【가산출원료】 18 면 0 원
【우선권주장료】 0 건 0 원
【심사청구료】 10 항 429,000 원
【합계】 467,000 원
【첨부서류】 1. 위임장[원문 및 번역문]_1통

【요약서】

【요약】

본 발명에 따르면 기하학적 형태를 갖는 모재입자 전체 표면에 다이아몬드 막이 증착될 수 있는 모재/다이아몬드 복합체를 제조한다. 또한, 본 발명은 상기 복합체를 이용하여 내부가 비어 있는 다이아몬드 셸(shell)을 제조하는 방법을 제공한다. 상기 모재/다이아몬드 복합체는 마이크로 크기를 갖는 모재입자 표면에 CVD 법으로 다이아몬드막을 증착하여 제조한다. 또한, 이러한 복합체 제조 과정에 모재 표면의 일부에는 다이아몬드 막이 형성되지 않는 열린 곳(opening)이 있는 부분복합체를 제조하고, 열린 곳을 통해 모재를 에칭 시켜 제거함으로써, 내부가 비어있는 다이아몬드 구조물(셸)을 제조한다. 모재의 모양을 구, 사면체 및 육면체 등으로 변화시키고, 모재의 크기를 변화시킴에 의해 모양 및 크기에 있어서 다양한 모재/다이아몬드 복합체 및 다이아몬드 셸을 제조할 수 있다. 제조할 수 있는 모재/다이아몬드 복합체 및 다이아몬드 셸의 크기는 200 nm ~ 2 mm 이다.

【대표도】

도 1

【색인어】

다이아몬드, CVD, 나노, 마이크로, 복합체, 셸, 에칭

【명세서】

【발명의 명칭】

기하학적 형태의 다이아몬드 셀 제조방법(METHOD FOR FABRICATION OF DIAMOND SHELL WITH A GEOMETRICAL FIGURE)

【도면의 간단한 설명】

- <1> 도 1은 본 발명에 따른 다이아몬드 셀 제조 공정을 도식적으로 나타낸 것이다.
- <2> 도 2는 CVD 다이아몬드합성장치를 사용하여 모재 표면에 다이아몬드 막을 합성하는 방법을 나타내는 모식도이다.
- <3> 도 3은 모재로 사면체 및 육면체 모양을 사용하여 제조된 피라미드형 다이아몬드 셀 및 상자형 다이아몬드 셀을 모식적으로 나타낸 것이다.
- <4> *** 도면의 주요부분에 대한 부호 설명 ***
- <5> 1: 모재(실리카 구) 2: 다이아몬드 막
- <6> 3: 열린 곳(opening) 4: 다이아몬드 셀(구 형)
- <7> 5: 공동(cavity) 6: 다이아몬드합성 용기
- <8> 7: 플라즈마 8: 판
- <9> 9: 다이아몬드 입자 10: 사면체 형태의 모재
- <10> 11: 육면체 형태의 모재 12: 피라미드형 다이아몬드 셀
- <11> 13: 상자형 다이아몬드 셀

【발명의 상세한 설명】

【발명의 목적】

【발명이 속하는 기술분야 및 그 분야의 종래기술】

<12> 본 발명이 속하는 기술 분야는 세라믹 재료 중의 하나인 다이아몬드의 제조 기술에 속한다. 더욱 구체적으로, 본 발명은, 기하학적 구조를 갖는 모재입자 표면의 전부 또는 일부에 다이아몬드 막을 증착할 수 있는 방법을 제공함으로써 모재/다이아몬드 복합체 입자를 제조하는 기술에 관한 것이다. 또한, 모재입자 표면의 일부에는 다이아몬드막이 증착되지 않은 모재/다이아몬드 복합체(이하 이를 “부분 복합체”라 칭한다.)를 제조하고, 모재를 화학약품을 이용하여 에칭하여 제거함으로써, 종래에는 이를 수 없었던 내부가 비어 있는 셀 모양의 다이아몬드를 제조하는 방법에 관한 것이다.

<13> 인조 다이아몬드합성은 고온고압(high pressure and high temperature: HPHT)법, 폭발(Detonation)법, 기상화학증착(chemical vapor deposition: CVD)법에 의해 이루어진다.

<14> 1955년에 개발된 고온고압법(합성조건: 약 5만 기압, 1400 ℃)에서 합성되는 다이아몬드는 수 백 μm 이하의 크기를 갖는 6-8면체(cubo-octahedron) 모양의 입자(grit) 또는 불규칙한 분말(powder)형태이다. 역시 고온고압 조건 하에서 이루어지는 단결정 성장(single crystal growth)법에서 얻을 수 있는 다이아몬드는 수 mm^3 크기의 벌크(bulk) 형태이다. 폭발법(약 10만 기압, 1,000 ℃)에서 얻어지는 다이

아몬드는 수 nm 크기인 구형에 가까운 다이아몬드 분말이다.

<15> 이와 같이 고온고압법 및 폭발법에서 얻을 수 있는 다이아몬드의 일반적인 모양은, 천연다이아몬드처럼, 입자(또는 분말) 형태이다. 이것은 탄소의 고온고압 상인 다이아몬드를 얻을 수 있는 고압(약 5 만 기압 이상)을 발생시킬 수 있는 장치의 부피가 제한되기 때문이다.

<16> 한편, 1980년대, 다이아몬드 합성이 대기압 이하에서 이루어지는 CVD법(주요 합성조건: 약 100 Torr, 700 °C)이 개발되어, 훨씬 다양한 형태의 다이아몬드를 제조할 수 있었다. CVD합성법에서, 일정 진공용기 내에서 열 또는 플라즈마를 이용하여 가스를 활성화시킨 후 약 700 °C로 유지된 모재(기판) 표면에 다결정성 막(polycrystalline film) 형태로 증착된다. 이 경우 다이아몬드는 기상과 접촉하고 있는 모재의 표면에 한정되어 증착된다. CVD법에서, 합성면적은 사용된 장치에서 발생된 플라즈마의 부피에 의존하고, 다이아몬드 막의 형상은 사용되는 모재의 모양에 의존된다. 다이아몬드 막은, 통상, 판상의 모재 위에 수 nm ~ 수 mm 두께로 증착되는데, 인서트(insert)공구나 드릴과 같이 모재에 부착된 상태로 사용되거나(직접코팅: 수 십 μ m 이하의 박막), 모재로부터 분리된 자유막(free standing) 형태(수 십 μ m ~ 수 mm)로 사용된다. 또한 굴곡이 있는 모재를 사용하여 직경이 수 cm 되는 돔(dome) 형태의 다이아몬드 자유 막을 제작할 수도 있다. 또한, CVD 법에서 기상에서 균일핵생성을 유도할 경우, 수 백 nm 크기를 갖는 구형의 다이아몬드 분말 합성도 가능하다.

<17> 그러나, 기존 CVD 다이아몬드 합성법으로 기하학적 형태의 모재 표면 전체가

다이아몬드로 둘러싸여질 수 있는 다이아몬드/모재 복합체의 제조기술을 제시하지 못하였다. 또한, 종래 모든 다이아몬드 합성법으로 내부가 비어있는 셀 구조를 갖는 다이아몬드의 제조는 불가능하였다.

【발명이 이루고자 하는 기술적 과제】

<18> 따라서, 본 발명의 목적은 기하학적 형태의 모재입자 전체 표면에 다이아몬드막이 증착된 모재/다이아몬드 복합체(이하 “완전복합체”라 칭한다.)를 제공하는데 있다.

<19> 또한, “부분복합체”를 이용하여, 모재를 에칭하여 제거함으로써, 본 발명은 종래의 기술로는 제조할 수 없었던 내부가 비어있는 셀 구조의 다이아몬드를 제공하는데 있다.

<20> 특히, 본 발명은 2 mm 범위 내에서 원하는 크기의 모재/다이아몬드 복합체 및 다이아몬드 셀을 제조하는데 목적이 있다.

【발명의 구성】

<21> 이와 같은 목적을 달성하기 위하여, 구형 또는 다면체 등의 기하학적 모양을 가지는 모재를 준비하고, 다이아몬드 합성용 진공용기 내에서 상기 모재를 기판에 위치시킨 후, 다이아몬드의 원료가스(주로 메탄)를 플라즈마 또는 열에너지로 분해하여 모재 표면에 막상의 다이아몬드가 합성되는 모재/다이아몬드 복합체 입자를 제조하는 것을 특징으로 하는 기하학적 형태의 다이아몬드 증착방법에서, 다이아몬드합성 중 모재를 움직여 모재 표면의 전체면에 다이아몬드가 증착되는 복합체를

제조하는 방법을 제공한다.

<22> 또한, 부분 모재/다이아몬드 복합체를 준비하고, 모재를 화학약품으로 에칭하여 제거하는 단계를 거쳐, 내부가 비어있는 셀 구조를 갖는 다이아몬드를 제조하는 방법을 제공한다.

<23> 본 발명에서 사용되는 모재의 모양은 구형이나 다면체 등 다양한 종류의 기하학적 형태가 될 수 있다. 모재의 재질은, 다이아몬드 막이 증착될 수 있는 다양한 것이 될 수 있지만, 특히, 다이아몬드 셀을 제조하기 위해서는, 화학약품에 쉽게 용해되어 제거될 수 있는 재질이 바람직하다.

<24> 입자형태의 모재 표면에 다이아몬드를 합성에 사용될 수 있는 장치는, 기존에 개발되어 사용되고 있는 핫필라멘트(hot filament) CVD, 마이크로 플라즈마(microwave plasma) CVD 또는 DC플라즈마(direct current plasma) CVD 등의 장치가 사용될 수 있다. 합성 조건 역시 기존 다이아몬드 막 합성의 것과 유사하게 유지될 수 있다. 막의 성장속도는 합성 장치에 따라 차이가 있으며 수 ~ 20 $\mu\text{m}/\text{h}$ 이다. 막의 두께는 사용된 합성 장치에서 합성변수 및 합성시간을 변화시킴에 의해 제어될 수 있다.

<25> “완전복합체”는 기하학적 모재 위에 다이아몬드 막을 증착함으로써 완료된다. 즉, 다이아몬드합성 단계로 완성된다. “부분복합체”를 이용한 다이아몬드 셀 제조에는, 다이아몬드 합성 단계에 이은 모재 에칭 단계가 추가된다.

<26> “완전복합체”를 제조할 경우는 합성단계에서 모재의 모든 표면이 기상(gas phase)과 접촉할 수 있도록 하여야한다. 이를 위해 모재가 놓여지는 판(plate)(8)

에 진동을 가하는 것이 가장 효과적인 방법이 될 수 있다.

<27> 한편, 다이아몬드 셀을 제작하기 위해서는, 다이아몬드 합성단계에 모재 표면의 일부분에는 다이아몬드 막이 형성되지 않은 열린 곳(opening)(3)을 형성시켜야 한다. 이 열린 곳은 모재가 움직임이 심하지 않을 경우 모재의 아랫부분(판과 접촉부분)이 자연스럽게 될 수 있다. 또한, 열린 곳은, 전처리(CVD 다이아몬드 합성법에서, 모재를 다이아몬드 분말이 분산된 알코올에 담구어 초음파 배스(ultrasonic bath)에서 진동을 가함으로써 모재 표면에 다이아몬드 미분과 충돌에 의한 결함을 만들어 합성 중 모재에 다이아몬드 핵생성이 쉽게 일어나도록 하는 일반적인 방법) 과정에서 제어될 수 있다. 즉, 산업적으로 사용되고 있으며, 본 발명의 다이아몬드 셀 제조에 사용될 수 있는 실리카는 통상 표면이 경면(mirror)이기 때문에 전처리를 하지 않을 경우 수 십 시간 합성에도 다이아몬드 막이 생성이 되지 않는 점을 이용할 수 있다.

<28> 즉, 전처리 과정에서 모재의 일부분을 미분의 다이아몬드가 접촉하지 않도록 차폐(shield) 시킨다면(선택적 전처리), 이 부분에는 다이아몬드 핵형성이 억제되기 때문에 다이아몬드 막이 형성되지 않는다. 반면, 차폐되지 않아 전처리된 부분에서는 수 시간 합성으로 원하는 두께(약 10 μm 정도)의 다이아몬드를 얻을 수 있다. 이러한 선택적 전처리는, 예를 들어 모재 입자를 접착테이프에 부착한 후 전처리를 실시할 경우, 테이프에 접촉된 모재 표면에는 전처리되지 않아 기술한 바와 같이 궁극적으로 열린 곳이 될 수 있다.

<29> 선택적 전처리법을 이용하는 열린 곳의 제어방법에는 판(8)에 진동을 가하여

모재를 움직여 모재 표면의 모든 면이 기상에 노출되도록하는 것이 바람직하다.

<30> 다이아몬드 셀 제조를 위한 모재 에칭속도를 증가시키기 위해 화학용액을 끓이거나 초음파 진동을 인가할 수 있다. 에칭 용액은 사용되는 모재의 종류에 따라 변화된다.

<31> 모재의 모양을 구, 사면체, 육면체 등으로 변화시키고 각 모재의 크기를 변화시킬 경우, 모양 및 크기가 다양한 모재/다이아몬드 복합체 및 다이아몬드 셀을 제조할 수 있다. 또한 다이아몬드 합성조건을 변화시켜 다이아몬드 막의 표면 조직을 제어함으로써, 다양한 조직 및 이에 따른 다양한 표면특성을 갖는 모재/다이아몬드 복합체 및 다이아몬드 셀을 제조할 수 있다.

<32> 이하에서는 첨부된 도면을 참조하여 실시예를 통하여 본 발명을 상세히 설명한다.

<33> 도 1은 본 발명에 따른 모재/다이아몬드 복합체 제조 및 다이아몬드셀 제조 방법의 프로세스를 도시한 것으로, 모재로서 구상의 실리카(1)를 준비하고, 상기 실리카(1) 표면에 다이아몬드 막(2)을 증착하여 모재/다이아몬드 복합체를 제조한다. 이 단계에서 다이아몬드 셀을 제조할 경우는 다이아몬드 막이 형성되지 않은 열린 곳(3)이 있어야한다. 열린 곳이 있는 모재/다이아몬드 복합체를 HF 수용액 등에 담가 모재를 에칭 하여 제거함으로써 내부가 공동(5)인 구상인 다이아몬드 셀(4)을 얻는다.

<34> 도 2는 기상화학증착(CVD)법에 의한 다이아몬드 합성의 예를 나타낸 것이다. 다이아몬드 합성장치는 일반적인 CVD 다이아몬드합성에 사용되는 것과 동일하다.

진공용기(6) 내에서 가스(수소+메탄)를 활성화시키기 위해 플라즈마(7)가 형성되며, 모재로 사용될 실리카(1)는 판(8) 위에 놓여진다. 다이아몬드합성의 주요 합성 변수인 가스 조성, 압력 및 증착온도는 각각 수소 가스 내 1 ~ 20% CH_4 , 10 ~ 200 Torr 및 약 600 ~ 1000℃로 제어된다. 다이아몬드 합성단계는, 합성시간 경과에 따라 다이아몬드 입자(9)의 핵생성과정, 다이아몬드입자의 성장, 막 형성 및 막 두께 증가 네 과정으로 세분될 수 있다. 다이아몬드입자의 크기 및 막 두께는 합성시간 조절에 의해 조절될 수 있다.

<35> 합성 중, 모재의 온도, 가스조성을 변화시켜, 형성되는 다이아몬드의 표면을 (100)면이 나타나는 조직, (100) 및 (111)면이 혼재한 조직, 그리고 나노다이아몬드 조직으로 제어할 수 있다.

<36> 한편, 도 2에서 예상할 수 있듯이, 기하학적 모양을 갖는 모재를 사용하고, 이 모재 위에 다이아몬드 입자를 형성시키고 막 형성 과정 이전에 다이아몬드 합성을 중단한 후, 모재를 에칭시킬 경우 다량의 CVD 다이아몬드 입자를 얻을 수 있다. 이 경우 합성시간을 변화시킴에 의해 크기가 나노에서 마이크론 단위인 CVD 다이아몬드입자(9)를 얻을 수 있다.

<37> 도 3은 모재의 형태를 사면체(10) 및 육면체(11) 모양을 사용하고, 도 1에 나타낸 다이아몬드 셀 제조 순서를 따를 경우, 각각 피라미드형 다이아몬드 셀(12) 및 상자형 다이아몬드 셀(13)이 제조된 것을 나타낸 것이다. 이 경우 다이아몬드 합성 단계에서 기판에 진동을 인가할 필요가 없으며, 판(8)과 접촉한 부위는 다이

아몬드 막이 증착되지 않아 모재 에칭시 모재가 에칭되는 통로가 되며 이 두 형태 셀의 열린 곳(3)이 된다.

<38> 이하에서는 구체적인 실시 예를 들어 본 발명을 보다 상세히 설명할 것이나, 본 발명의 범위가 하기의 실시 예에 의하여 한정되는 것은 아니다.

<39> 실시예 1.

<40> 마이크로웨이브 플라즈마 CVD법을 이용하여, 직경 50-100 μm 인 실리카 구 (silica sphere) 위에, 10 시간 동안 다이아몬드를 합성하였다. 합성 전 모재는 1 μm 크기의 다이아몬드 분말이 분산된 알콜 비이커에 넣고 초음파배쓰에서 1시간 동안 전처리되었다. 합성조건은 메탄조성 1%, 압력 40 Torr, 기판온도 650 $^{\circ}\text{C}$, 가스 유량 200 sccm이었다. 합성 중에 바이브레이터(vibrator)를 사용하여 모재가 놓여 지는 기판에 진동을 가하였다.

<41> 주사전자현미경(SEM)을 이용하여 실리카 표면을 관찰한 결과 다이아몬드 막이 실리카 표면의 대부분을 덮고 있었으나, 일부는 연속적인 다이아몬드 막이 형성되지 않은 채 다이아몬드 입자들이 관찰되었다. 다이아몬드 막의 표면 조직은, 일부는 (100)면이 주로 형성된 조직, 일부는 (100)면과 (111)면이 혼재된 조직, 그리고 일부는 특정 면이 형성되지 않은 나노구조의(nano-structured) 조직을 보였다.

<42> 실시예 2.

<43> 다음극 직류전원플라즈마 CVD법을 이용하여, 직경 50-100 μm 인 실리카 구 (silica sphere) 위에 다이아몬드를 합성하였다. 합성조건은 투입전력 15 kW, 메탄

조성 10%, 압력 100 Torr, 가스유량 200 sccm이었다. 합성시간은 1 시간 30분이었으며, 합성 중 진동을 가하지 않았다. 합성 전 모재는 1 μm 크기의 다이아몬드 분말이 분산된 알콜 비이커에 넣고 초음파배스에서 1시간 동안 전처리되었다. 주사전 자현미경을 이용하여 실리카 표면을 관찰한 결과 모재입자의 한 부분(전체표면의 약 60-90 %)에 다이아몬드 막이 증착된 것을 확인하였다. 이 복합체의 표면조직은 (100)면으로 구성된 것과 (100)면 및 (111)면이 혼재된 조직이었다.

<44>

한편, 2 mm 보다 큰 실리카 구조물을 모재로 사용하였을 경우, 표면에서 균일한 다이아몬드 막 증착이 불가능하였다. 이는 2 mm 이상의 모재를 사용할 경우, 모재 상면에 플라즈마의 집중을 일으킬 수 있어, 다이아몬드 합성 중 모재의 상, 하면의 온도차가 크기 때문으로 예상된다. 반대로 200 nm보다 작은 실리카 모재를 사용할 경우, 입자들이 서로 엉켜, 다이아몬드합성시 합성 후 독립된 입자를 얻지 못하는 문제가 있었다.

<45>

실시예 3.

<46>

11%의 메탄조성으로하여 실시예 2와 같은 조건으로하여 다이아몬드막을 합성하였다. 주사전자현미경을 이용하여 실리카 표면을 관찰한 결과 모재입자 표면의 20-30 % 면적에는 다이아몬드 막이 증착되지 않았는데, 이 부분이 판(8)과 접촉된 부분으로 예상된다. 이 복합체의 표면조직은 (100)면이 주로 형성된 조직을 보였다.

<47>

실시예 4.

<48>

12%의 메탄조성으로하여 실시예 2와 같은 조건으로하여 다이아몬드막합성을

하였다. 합성거동은 실시예 3과 유사하였다. 이 복합체의 표면조직은 주로 나노결정성 다이아몬드막 조직을 보였지만, 부분적으로 작은 (100)면을 갖는 cauliflower 조직을 보였다.

<49> 실시예 5.

<50> 합성 중 모재가 놓여지는 판에 진동을 가한 상태에서, 실시예 2와 같은 조건으로하여 다이아몬드막합성을 하였다. 모재 입자의 전체면에서 균일하게 다이아몬드막이 합성되었다. 표면조직은 실시예 2와 같이 (100)면으로 구성된 것과 (100)면 및 (111)면이 혼재된 조직을 보였으나, (100)면과 (111)면이 혼재된 조직이 상대적으로 더 많이 관찰되었다.

<51> 실시예 6.

<52> 실시예 2, 3 및 4에서 제조된 모재/다이아몬드 복합체를 10% HF 수용액에서 30분, 이후 끓는 무라카미 용액(3 g NaOH, 30 g K-hexacyanoferrae(III), 60 ml 물)에서 10분간 모재를 에칭하였다. 에칭 후 주사전자현미경을 이용하여 샘플을 관찰한 결과 내부가 공동인 다이아몬드 셀이 관찰되었다. 다이아몬드 층의 두께는 약 10 μm 이었다.

<53> 실시예 7.

<54> 실시예 2에 나타난 방법으로 30분간 다이아몬드를 합성하였다. 이 샘플을 SEM으로 관찰한 결과, 모재 표면의 일부는 다이아몬드 막이 형성되었지만, 많은 부분은 다이아몬드 막이 형성되지 않은 채 수 십 nm에서 수 십 μm 크기의 독립된 다

이아몬드 입자가 관찰되었다. 표면 조직은 (100)면으로 구성된 것과 (100)면 및 (111)면이 혼재된 조직이었다. 이 샘플을 실시예 6에 나타낸 바와 같이 모재를 에칭하였다. 에칭 후 잔류물로부터 수 십 nm에서 수 십 μ m에 이르는 CVD 다이아몬드 입자를 얻을 수 있었다.

【발명의 효과】

<55>

이상에서 살펴본 바와 같이, 본 발명에서 마이크로 크기의 기하학적 형태를 갖는 모재/다이아몬드 복합체를 제조할 수 있다. 특히, 본 발명에 따르면, 종래의 기술로는 제조할 수 없었던 모재표면 전체가 다이아몬드막으로 둘러싸이는 모재/다이아몬드 복합체 및 내부가 비어 있는 다이아몬드 셸(shell)을 제조할 수 있다. 또한, 상기의 복합체 제조(다이아몬드 합성)과정에서, 다이아몬드 막이 형성되기 전 단계에 합성을 종료한 후, 모재를 에칭하여 제거함으로써 수 십 nm-수 십 μ m 크기의 CVD 다이아몬드입자를 다량으로 제조할 수 있다. 이러한 모재/다이아몬드 복합체, 다이아몬드 셸 및 입자는, 다이아몬드의 고유특성인 화학적으로 안정함과 생체 친화적(biocompatible) 특성과 함께, DNA나 박테리아와 같은 바이오물질을 보존하는 용기나, 로손이나 크림 형태의 약품을 담아 시간에 따라 일정하게 공급할 수 있는 용기로 사용될 수 있다. 또한, DNA 분리 및 검출기, 전계방출디스플레이(field emission display: FED)의 전극재료, 등에 응용될 수 있다.

【특허청구범위】

【청구항 1】

구형 또는 다면체 등의 기하학적 모양을 가지는 모재입자를 준비하고,

기판을 포함하는 진공용기 내에서 상기 모재를 판에 위치시킨 후, 다이아몬드의 원료가스를 플라즈마 또는 열에너지로 분해하여 상기 모재 위에 막상의 다이아몬드가 합성된 입자형태의 모재/다이아몬드 복합체를 합성하는 것을 특징으로 하는 기하학적 형태의 다이아몬드 제조방법.

【청구항 2】

제1항에 있어서, 상기 모재의 크기는 200 nm ~ 2 mm인 것을 특징으로 하는 기하학적 형태의 다이아몬드 제조방법.

【청구항 3】

제1항에 있어서, 다이아몬드막의 합성 중, 모재 입자가 놓여지는 기판에 진동을 인가하여 모재가 움직임으로써 모재 모든 표면에 다이아몬드막이 증착되는 것을 특징으로 하는 기하학적 형태의 다이아몬드 제조방법.

【청구항 4】

제1항에 있어서, 상기 모재 표면의 일부에는 다이아몬드막이 형성되지 않은 열린 곳이 있는 부분복합체를 제조한 후, 상기 복합체를 모재가 에칭되는 용액에 담가, 모재를 녹여 제거하는 단계를 추가로 포함하는 기하학적 형태의 다이아몬드 제조방법.

【청구항 5】

제1항에 있어서, 다면체의 모재 입자를 준비하고,
 상기 모재의 한 면이 기판에 위치된 상태에서 다이아몬드 막을
 합성함으로써, 기판에 닿은 면이 열린 곳이 되는 부분복합체를 제작하고,
 상기 복합체의 모재를 에칭시켜 제거하여 속이 비어 있는 다이아몬드 셀을
 얻는 것을 특징으로 하는
 기하학적 형태의 다이아몬드 제조방법.

【청구항 6】

제1항에 있어서, 다이아몬드의 핵생성 속도 및 밀도를 증진시키기 위해, 모
 재를 미분의 다이아몬드가 분산된 알코올이 담겨진 비커에 모재를 담가, 초음파배
 쓰에서 일정 시간동안 진동시켜 모재의 표면에 스크래치 또는 잔류물을 형성시키는
 전처리 단계를 수행하는 것을 특징으로 하는 기하학적 형태의 다이아몬드
 제조방법.

【청구항 7】

제6항에 있어서, 상기 모재 입자의 전처리 과정동안, 모재의 일부분을 접착
 테이프 위에 부착시켜, 접촉부분에는 미분의 다이아몬드가 닿지 않아 다이아몬드
 막이 형성되지 않게 함으로써 열린곳을 형성시키는 것을 특징으로 하는 기하학적
 형태의 다이아몬드 제조방법.

【청구항 8】

제1항에 있어서, 모재 위에 합성되는 다이아몬드 막의 표면 조직을, DNA 등 바이오 분자의 접촉이 용이한, (100)면이 주로 구성된 조직이나 나노다이아몬드조직으로 형성시키는 것을 특징으로 하는 기하학적 형태의 다이아몬드 제조방법.

【청구항 9】

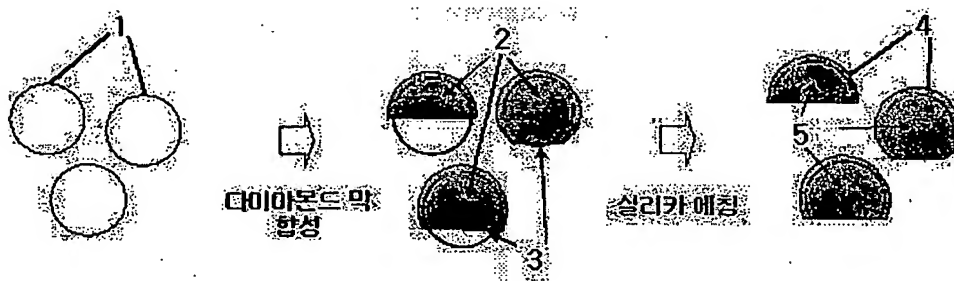
제1항에 있어서, 기하학적 형태의 모재 위에 다이아몬드 핵입자를 생성시킨 후, 막 형성 이전에 합성을 중단하고, 모재를 에칭 시켜 제거함에 의해 다량의 CVD 다이아몬드 입자를 얻는 것을 특징으로 하는 기하학적 형태의 다이아몬드 제조방법.

【청구항 10】

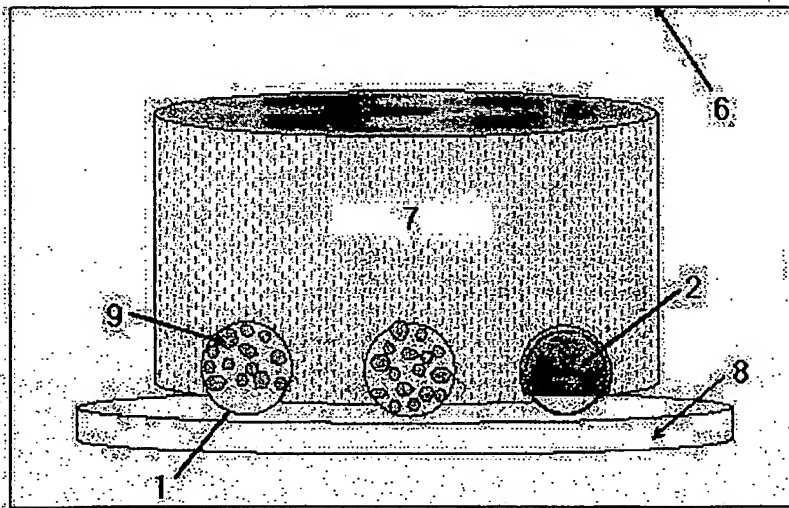
제9항에 있어서, CVD 다이아몬드 입자의 크기는 10 nm에서 100 μm 인 것을 특징으로 하는 기하학적 형태의 다이아몬드 제조방법.

【도면】

【도 1】



【도 2】



【도 3】

